

**Use mixtures as impression or doubling compositions in the dental area**Patent Number:  US2002156149

Publication date: 2002-10-24

Inventor(s): SCHAUB MATTHIAS (DE); FRECKMANN MICHAEL (DE); URBAS HOLGER (DE)

Applicant(s):

Requested Patent:  DE10104079

Application Number: US20020054211 20020122

Priority Number(s): DE20011004079 20010129

IPC Classification: A61K6/10; C08K3/00

EC Classification: A61K6/10Equivalents:  EP1226808, A3,  JP2002226317,  US6835760

---

**Abstract**

---

Use of mixtures containing A) alkoxy silyl-functional polyethers with linear or branched main chains with an average molecular weight (Mn) of 800 to 20,000, containing 20 to 95 percent of polyether groups and 0.2 to 25 percent of SiR<sub>1</sub>R<sub>2</sub>R<sub>3</sub> alkoxy silyl groups, in which R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> and R<sub>3</sub>, independently of one another, are hydrogen, alkyl or alkoxy, and 0 to 10 percent of urethane groups or 0 to 10 percent of urea groups, and B) a mixture, containing water and organic and/or inorganic acids in a ratio by weight of 1:0.01 to 1:40, as impression or doubling composition in the dental area.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2



⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES

PATENT- UND

MARKENAMT

# Offenlegungsschrift

## DE 101 04 079 A 1

⑯ Int. Cl. 7:

A 61 K 6/10

C 08 L 83/12

DE 101 04 079 A 1

⑯ Aktenzeichen: 101 04 079.2  
⑯ Anmeldetag: 29. 1. 2001  
⑯ Offenlegungstag: 8. 8. 2002

⑯ Anmelder:

Heraeus Kulzer GmbH & Co. KG, 63450 Hanau, DE

⑯ Vertreter:

Kühn, H., Pat.-Ass., 63450 Hanau

⑯ Erfinder:

Schaub, Matthias, Dr., 40593 Düsseldorf, DE;  
Freckmann, Michael, 50769 Köln, DE; Urbas,  
Holger, 47829 Krefeld, DE

⑯ Entgegenhaltungen:

DE 199 42 467 A1  
DE 44 39 769 A1  
EP 02 69 819 B1  
EP 09 39 107 A2

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Verwendung von Mischungen als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich

⑯ Verwendung von Mischungen, enthaltend  
A) alkoxsilylfunktionelle Polyether mit linearer oder verzweigter Hauptkette mit einem mittleren Molekulargewicht ( $M_n$ ) von 800-20000, mit einem Gehalt an Polyethergruppen von 20-95%, einem Gehalt an Alkoxsilylgruppen-SiR<sup>1</sup>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup> von 0,2-25%, wobei R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> unabhängig voneinander H, alkyl oder alkoxy bedeuten, einem Gehalt an Urethangruppen von 0-10% oder einem Gehalt an Harnstoffgruppen von 0-10%, und  
B) eine Mischung, enthaltend Wasser und organische und/oder anorganische Säuren in Gewichtsverhältnissen von 1:0,01 bis 1:40, als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich.

DE 101 04 079 A 1

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft die Verwendung von Mischungen als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich.  
 [0002] Abformmassen, die im Dentalbereich Anwendung finden, sind an sich bekannt (siehe R. G. Craig, Restorative Dental Materials, The C. V. Mosby-Comp. St. Louis, Toronto, London, 1980, S 1979 ff). An derartige Materialien werden insgesamt sehr hohe Anforderungen gestellt:

1. Angenehmer Geruch, Geschmack und ästhetisches Aussehen.
2. Die Massen dürfen keine toxischen oder irritierenden Bestandteile enthalten.
3. Die Massen müssen eine mehrmonatige Lagerstabilität aufweisen.
4. Die Massen müssen wirtschaftlich herstellbar sein und eine präzise Abformung ergeben.
5. Die Massen müssen leicht zu handhaben sein.
6. Die Härtungscharakteristik muss den klinischen Erfordernissen entsprechen.
7. Die ausgehärteten Massen müssen elastisch sein und dürfen sich nicht unter Zugbeanspruchung bleibend verformen.
8. Die ausgehärteten Massen müssen eine ausreichende Druckfestigkeit besitzen und dürfen nicht brechen.
9. Die ausgehärteten Massen müssen bei Raumtemperatur und normaler Luftfeuchtigkeit solange dimensionsstabil sein, dass in angemessener Zeit exakte Gipsabdrücke hergestellt werden können.
10. Die ausgehärteten Massen dürfen keine Gipsschädigung hervorrufen und müssen mit anderen Abformmassen kompatibel sein.

[0003] Abformmassen auf Basis alkoxsilylfunktionalisierter Polyether werden in EP 0 269 819 B1 beschrieben.

[0004] Dort wird die Verwendung von Mischungen offenbart, enthaltend

- 25 A) ein Ether-, Urethan-, Harnstoffgruppen und Alkoxsilylendgruppen enthaltendes Polyadditionsprodukt mit einer überwiegend linearen Molekülstruktur, ausschließlich aliphatisch oder cycloaliphatisch gebundenen Ether-, Urethan- und Harnstoffsegmenten und einem mittleren Molekulargewicht Mn von 800–2000, gekennzeichnet durch
  - a) einen Gehalt von Polyethergruppen von 25–90 Gewichts-%,
  - b) einen Gehalt von Urethangruppen (-NH-CO-O-) von 0,5–10 Gewichts-%,
  - c) einen Gehalt von Harnstoffgruppen (-NH-CO-NH-) von 0,5–10 Gewichts-% und
  - d) endständige Gruppen der Formel -NR-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-SiR<sub>1</sub>R<sub>2</sub>R<sub>3</sub>,
 worin n die Zahlen 1 bis 6 darstellt,  
 R Wasserstoff oder -(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-SiR<sub>1</sub>R<sub>2</sub>R<sub>3</sub> bedeutet,  
 R<sub>1</sub>R<sub>2</sub>R<sub>3</sub> unabhängig voneinander C1-C4-Alkoxy bedeuten, wobei der Gehalt der endständigen Alkoxsilylgruppen -SiR<sub>1</sub>R<sub>2</sub>R<sub>3</sub> 1–25 Gewichts-% beträgt und
- 30 B) eine Abmischung, enthaltend Wasser und organische und/oder anorganische Säuren in Gewichtsmengenverhältnissen von 1 : 0,01 bis 1 : 40, als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich.

[0005] Diese Systeme erfüllen jedoch nicht alle der oben genannten Anforderungen im wünschenswerten Ausmaß.

- 40 [0006] Insbesondere sind diese Abformmassen durch mehrstufige aufwendige Verfahren zu synthetisieren, wobei darüber hinaus die Produkte hochviskos sind, da Diisocyanate mit Dihydroxypolyethern umgesetzt werden, wobei es zwangsläufig zu einem Anstieg des mittleren Molekulargewichts (M<sub>n</sub>) und damit auch zu einem Anstieg der Viskosität kommt. Damit sind die Möglichkeiten der Formulierung pastöser Massen mit den aus dem Stand der Technik bekannten Polyadditionsprodukten stark eingeschränkt, da entweder hohe Verdünnergehalte oder geringe Füllstoffgehalte eingesetzt werden müssen, um verarbeitbare – also nicht zu hochviskose – Massen zu erhalten.

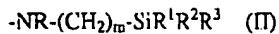
[0007] Schließlich zeigen die Abformmassen auf Basis der in EP 0 269 819 B1 beschriebenen Polyadditionsprodukte bei Abmischung mit Wasser und Säure eine ungünstige Aushärtungskinetik, die durch eine kurze Verarbeitungszeit und gleichzeitig durch eine lange Abbindezeit gekennzeichnet ist.

- 45 [0008] In DE 44 39 769 werden Kunststoffe offenbart mit mindestens einem Silan-, Ether- und Urethangruppen enthaltenden Polyadditionsprodukt mit einer überwiegend linearen Molekülstruktur mit aliphatisch oder cycloaliphatisch gebundenen Ether- oder Urethansegmenten und einem Zahlenmittel der Molmasse im Bereich von 800 bis 20000, wobei das Polyadditionsprodukt die folgenden Merkmale aufweist:

- 55 a) einen Gehalt an Polyethergruppen von 20 bis 90, insbesondere 50 bis 80 Gew.-Teilen, auf 100 Gew.-Teile Polyadditionsprodukt;
- b) einen Gehalt an Urethangruppen der Formel I



- 60 von 0,5 bis 10, insbesondere von 1 bis 8 Gew.-Teilen auf 100 Gew.-Teile Polyadditionsprodukt;
- c) sowie einen Gehalt an endständig angeordneten Alkoxsilylgruppen der Formel II



- 65 in der
  - m eine Zahl im Bereich von 1 bis 6, insbesondere 3.
  - R Wasserstoff oder eine Gruppe der Formel (III)

-(CH<sub>2</sub>)<sub>m</sub>-SiR<sup>1</sup>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup> (III)mit den hier angegebenen Bedeutungen für m, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup>, und  
mindestens eine der Gruppen R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> eine Gruppe der Formel IV- (O-C<sub>p</sub>H<sub>2p</sub>)<sub>q</sub>-O-R<sup>4</sup> (IV)

in der

p eine Zahl im Bereich von 2 bis 4, insbesondere 3, und

q eine Zahl im Bereich von 1 bis 100, insbesondere von 2 bis 4 sowie

R<sup>4</sup> eine Alkyl-, Aralkyl-, Vinyl-, Vinylcarbonyl, alpha-Methylvinylcarbonyl- oder beta-Methylvinylcarbonylgruppe  
ist, bedeuten,wobei die restlichen Gruppen R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> Methyl, Ethyl oder C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkoxy bedeuten, soweit sie nicht Gruppen  
der obigen Definitionen sind,

und die Kunststoffe weiterhin mindestens einen Katalysator für die Kondensation der Silangruppen enthalten.

5

10

15

[0009] Nachteil dieser Systeme ist ebenfalls ein aufwendiges mehrstufiges Herstellverfahren, das einen Umesterungs-  
schritt, kommerziell erhältlicher Silane mit Verbindungen der Struktur H-(O-C<sub>p</sub>H<sub>2p</sub>)<sub>q</sub>-O-R<sup>4</sup> erfordert. Ein weiterer Nach-  
teil dieser Systeme ist das hohe toxische Potential der im Laufe der Abbindereaktion freigesetzten Gruppen der allgemei-  
nen Formel H-(O-C<sub>p</sub>H<sub>2p</sub>)<sub>q</sub>-O-R<sup>4</sup>.

20

[0010] Problem der vorliegenden Erfindung ist es, die Nachteile der bekannten Abformmassen auf Basis alkoxy-silyl-  
funktioneller Polyether zu vermeiden, also insbesondere Abformmassen auf Basis kommerziell erhältlicher oder einfach  
(vorzugsweise in einem Reaktionsschritt) zu synthetisierender, niedrigviskoser (Viskosität < 50 Pas) alkoxy-silyl-funktioneller  
Polyether zur Verfügung zu stellen, die sich durch eine günstige Abbinden-kinetik (d. h. Verarbeitungszeiten im Be-  
reich von 2 bis 3 Minuten bei Aushärtezeiten von < 4 Minuten) also durch ein sogenanntes Snap-Set-Verhalten (langsame  
Induktionszeit von bis zu mehreren Minuten und anschließend sehr schnelles Abbinden) auszeichnen.

25

[0011] Dieses Problem wird erfundungsgemäß durch eine Verwendung nach Anspruch 1 gelöst.

[0012] Hierbei handelt es sich um die Verwendung von Mischungen, enthaltend.

A) alkoxy-silyl-funktionelle Polyether mit linearer oder verzweigter Hauptkette mit einem mittleren Molekulargewicht (M<sub>n</sub>) von 800-20000, mit  
einem Gehalt an Polyethergruppen von 20-95%,  
einem Gehalt an Alkoxy-silylgruppen -SiR<sup>1</sup>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup> von 0,2-25%,  
wobei R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> unabhängig voneinander H, alkyl oder alkoxy bedeuten,  
einem Gehalt an Urethangruppen von 0-10% oder einem Gehalt an Harnstoffgruppen von 0-10%, und  
B) eine Mischung, enthaltend Wasser und organische und/oder anorganische Säuren in Gewichtsverhältnissen von  
1 : 0,01 bis 1 : 40,  
als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich.

30

35

[0013] Erfundungsgemäß eingesetzte alkoxy-silyl-funktionelle Polyether sind zum Teil kommerziell erhältlich, z. B. MS  
Polymer der Kanaka Corporation. Hierbei handelt es sich um Polypropylenoxid-derivate, die mit Methyl-dimethoxy-silyl-  
resten funktionalisiert sind (z. B. MS Polymer S303H).

40

[0014] Weiterhin können erfundungsgemäß eingesetzte Polyether hergestellt werden, in dem lineare oder verzweigte  
Polyether-Polyole bzw. lineare oder verzweigte amino-endständige Polyether mit geeignet funktionalisierten Alkoxy-sila-  
nen und gegebenenfalls Polyisocyanaten bei Temperaturen von 20-150°C umgesetzt werden. Hierbei kann die Verwen-  
dung eines Katalysators erforderlich sein.

45

[0015] Geeignet zur Herstellung der erfundungsgemäßen alkoxy-silyl-funktionellen Polyether sind z. B. Polyether-Poly-  
ole, die aus der Polyurethan-Herstellung bekannt sind (z. B. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol. A 21,  
S. 665-717, VCH Publishers Inc. 1992; oder US 5,672,652.). Hierbei handelt es sich um Verbindungen, die durch Poly-  
merisation von Epoxiden wie Ethylenoxid, Propylenoxid, Butylenoxid, Tetrahydrofuran, Styroloxid oder Epichlorhydrin  
mit sich selbst, z. B. in Gegenwart von BF<sub>3</sub> oder durch Anlagerung dieser Epoxide gegebenenfalls im Gemisch oder  
nacheinander an Starterkomponenten mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen wie Alkohole, Glykole, Glycerin, Trime-  
thylolpropan, Pentaerythrit, Zucker, Ethylendiamin, Diethylentriamin etc., hergestellt werden. Vielfach sind solche Po-  
lyether bevorzugt, die überwiegend (bis zu 90% bezogen auf alle vorhandenen OH-Gruppen im Polyether) primäre OH-  
Gruppen aufweisen. Besonders bewährt haben sich Polyether, die durch die sogenannte DMC-Katalyse, z. B. mit Zink-  
hexacyanokobaltat (US-A 3,278,457) hergestellt werden. In einer bevorzugten Ausführungsform weisen die eingesetz-  
ten Polyether-Polyole ein Molekulargewicht (M<sub>n</sub>) von etwa 1000 bis etwa 15000 auf und zeichnen sich durch eine OH-  
Funktionalität von etwa 1,5 bis 4 aus.

50

55

[0016] Geeignet zur Herstellung der erfundungsgemäßen alkoxy-silyl-funktionellen Polyether sind weiterhin sogenannte  
amino-terminierte Polyether, die ebenfalls aus dem Bereich der Polyurethan-Herstellung bekannt sind. Amino-termi-  
nierte Polyether werden ausgehend von Polyether-Polyolen durch Austausch der OH-Gruppen gegen Ammoniak oder  
primäre Amine erhalten (z. B. US 3 847 992). Zur Herstellung von amino-terminierten Polyethern können im Prinzip die  
oben aufgeführten Polyether-Polyole als Ausgangsverbindungen eingesetzt werden. In einer bevorzugten Ausführungs-  
form weisen die eingesetzten amino-terminierte Polyether ein Molekulargewicht (M<sub>n</sub>) von etwa 5000 bis etwa 15000 und  
eine Amino-Funktionalität von etwa 2 bis 4 auf.

60

65

[0017] Geeignete funktionalisierte Alkoxy-silane zur Herstellung der erfundungsgemäßen alkoxy-silyl-funktionaliserten  
Polyether zeichnen sich durch folgende Struktur aus:

$X-(CH_2)_n-SiR^1R^2R^3$ ,

dabei steht X für eine mit einer Hydroxy- oder Aminogruppe reaktionsfähige Gruppe, n steht für eine Zahl von 1 bis 8, und R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> bedeuten unabhängig voneinander H, alkyl, oder alkoxy. Bevorzugte Alkoxy silane sind 3-Isocyanato-propyl-trichthoxysilan und 3-Isocyanato-propyl-trimethoxysilan.

[0018] Geeignete Polyisocyanate sind die aus der Polyurethan-Chemie bekannten aliphatischen Systeme wie Ethylen-diisocyanat, Tetramethylendiisocyanat, Hexamethylendiisocyanat, Dodecamethylendiisocyanat, Cyclobutan-1,3-diisocyanat, Cyclohexan-1,3-diisocyanat, Cyclohexan-1,4-diisocyanat, 1-Isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethyl-cyclohexan (Isophorondiisocyanat), N-Isocyanatohexylaminocarbonyl-N'-bis-(isocyanatohexyl)harnstoff, 1,1-Methylen-bis-(4-isocyanato-cyclohexan), 4,4'-diisocyanato-dicyclohexylmethan, 2,4,6-Trioxo-1,3,5-tris(6-isocyanatohexyl)hexahydro-1,3,5-triazin oder 2,4,6-Trioxo-1,3,5-tris(5-isocyanato-1,3,3-trimethylcyclohexylmethyl)hexahydro-1,3,5-triazin.

[0019] Vorzugsweise werden beim erfindungsgemäßen Verfahren cycloaliphatische bzw. gemischt aliphatisch-cycloaliphatische Polyisocyanate eingesetzt. Besonders bevorzugt ist 1-Isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethyl-cyclohexan (Isophorondiisocyanat).

[0020] Geeignete Katalysatoren zur Herstellung der erfindungsgemäß eingesetzten alkoxy silylfunktionalisierten Polyether sind ebenfalls aus der Polyurethan-Chemie bekannt (z. B. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol. A 21, S. 665-717, VCH Publishers Inc. 1992). Dabei handelt es sich z. B. um Lewis-Basen, wie 1,4-Diazabicyclo[2.2.2]octan (DABCO) oder 1,8-diazabicyclo[5.4.0]undec-7-en (DBU) oder Lewis-Säuren wie Dibutylzinndilaurat (DBTL) oder Zinn-dioctoat. Bevorzugt ist die katalysatorfreie Herstellung der erfindungsgemäß eingesetzten alkoxy silylfunktionalisierten Polyether.

[0021] Durch die Abmischung von alkoxy silylfunktionalisierten Polyethern (Komponente A) mit Wasser und organischen und/oder anorganischen Säuren in Gewichtsverhältnissen von 1 : 0,1 bis 1 40 (Komponente B) werden elastomere Produkte erhalten, die in hervorragender Weise als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich verwendet werden können.

[0022] Sowohl die Komponente A als auch die Komponente B können weitere übliche Hilfs- oder Zuschlagsstoffe zur Formulierung von pastösen Produkten enthalten. Unter Hilfs- und/oder Zuschlagsstoffen versteht man beispielsweise Verdünner, wie aromatische oder aliphatische Kohlenwasserstoffe, Alkohole, Ether, Polyether, Ester, Polyester, Füllstoffe, z. B. Quarzmehle, Cristobalithmehle, Calciumsulfat, Diatomeenerde, Silikate, gefülltes oder pyrogen hergestelltes Siliciumdioxid mit unbeladener oder beladener Oberfläche. Additive Farbstoffe; Geruchs- und Geschmacksstoffe, Emulgatoren, Stabilisatoren,

[0023] Die Herstellung von elastomeren Abformungen auf Basis der erfindungsgemäßen Abformmassen kann in dem Fachmann bekannten Weise erfolgen, wobei die Abmischung der Komponenten A und B per Hand oder mit Auto-Mixsystemen erfolgen kann. Für den Anwender sind die Parameter Verarbeitungszeit und Abbindezeit sehr wichtige Kenngrößen eines Abformmaterials. Erwünscht ist, dass bei einer praktikablen Verarbeitungszeit, die meist im Bereich weniger Minuten liegt eine Abbindezeit eingestellt werden kann, die nur wenig über der Verarbeitungszeit liegt. Die Abbindecharakteristik elastomeren Abformmassen lässt sich z. B. mittels rheometrischer Methoden quantifizieren. Durch Messungen mittels Oszillationsrheometrie lassen sich die Beträge von Speichermodul G' (als Maß für den elastischen Anteil eines Abformmaterials) und von Verlustmodul G" (als Maß für den viskosen Anteil eines Abformmaterials) ermitteln. Weiterhin gilt  $\tan \delta = (G''/G')$ . Durch Beobachtung des Aushärtungsverlaufs in Abhängigkeit von der Zeit nach Mischbeginn mittels Oszillationsrheometrie lassen sich die Zeiten ermitteln, bei denen gilt  $G' = G''$ , oder  $\delta = 45^\circ$  ( $t_1$ ) und  $\delta = 10^\circ$  ( $t_2$ ); dabei kann  $t_1$  als Verarbeitungszeit und  $t_2$  als Aushärtzeit des Abformmaterials interpretiert werden. Das Verhältnis  $t_2/t_1$  kann als Größe zur Charakterisierung der Abbindekinetik betrachtet werden. Je näher dieser Quotient an 1, desto günstiger ist das Abbindeverhalten in Richtung "Snap-Set" eingestellt. Während für Abformmassen auf Basis alkoxy silylfunktionalisierter Polyether entsprechend dem Stand der Technik ein Verhältnis  $t_2/t_1$  im Bereich von 1,7-2,0 gefunden wird, kann bei den erfindungsgemäßen Systemen ein Verhältnis  $t_2/t_1$  von 1,2-1,3 erreicht werden.

[0024] Es ist äußerst überraschend, dass die erfindungsgemäßen Abformmassen sich gegenüber dem Stand der Technik durch eine wesentlich günstigere Abbindekinetik auszeichnen.

50

### Beispiele

#### Beispiel 1

##### Synthese von alkoxy silylfunktionalisierten Polyethern aus Polyetherpolyolen Allgemeine Vorschrift

55

[0025] 300 g eines Polyether-Polyols werden für 1 Stunde bei 10 mbar und 100°C entwässert. Danach werden pro Mol Hydroxygruppe 1 Mol Isocyanato-propyl-trichthoxysilan zugefügt und anschließend 1 Tropfen Dibutylzinndilaurat zugesetzt. Der Ansatz wird bei 100°C solange gerührt, bis keine Isocyanatgruppen mehr nachweisbar sind. (s. Tabelle 1, A1-A5).

60

#### Beispiel 2

##### Synthese von alkoxy silylfunktionalisierten Polyethern aus aminoendständigen Polyethern

65

##### Allgemeine Vorschrift

[0026] 300 g eines aminoendständigen Polyethers werden für eine Stunde bei 10 mbar und 100°C entwässert. Nach Abkühlen auf 60°C wird ein Gemisch aus Isocyanato-propyl-trichthoxysilan, Isophorondiisocyanat und Cyclohexylisocyanat

# DE 101 04 079 A 1

nat über einen Zeitraum von 30 Minuten zugetropft, so dass das molare Verhältnis von Aminogruppen zu Isocyanatgruppen 1 : 1 beträgt. Der Ansatz wird bei 60°C noch solange nachgerührt, bis keine Isocyanatgruppen mehr nachweisbar sind (s. Tabelle 1, A7-A11).

## Vergleichsbeispiel

5

[0027] Die Synthese eines linearen Poly(ether-urethan-harnstoff)-Polyadditionsproduktes gemäß EP 0 269 819 B1, Beispiel 3, erforderte zwei Reaktionsschritte und führt zu einem sehr hochviskosen Endprodukt (s. Tabelle 1, V1).

## Beispiel 3

10

### Formulierung der Katalysator-Komponente B

[0028] In einem Mischwerk werden

15

32,2% Poly(propylenoxid)-diol (MW 2000)

2,8% Paraffin

0,3% Emulgator

59,2% Quarzmehl

3,2% pyrogene Kieselsäure

2,3% einer 16%igen wässrigen Lösung von p-Toluolsulfonsäurehydrat

20

in der angegebenen Reihenfolge zu einer homogenen pastösen Masse gemischt. Die Mischzeit beträgt 30 Minuten bei 50 U/min.

## Beispiel 4

25

[0029] Die in den Beispielen 1 und 2 beschriebenen alkoxyisilyl-endständigen Polyether und kommerziell erhältliche alkoxyisilyl-endständigen Polyether werden als Komponente A im Gewichts-Verhältnis 1 : 1 mit der Katalysator-Komponente B intensiv vermischt. Nach einigen Minuten erhält man ein zu einem elastischen Material vernetztes Produkt.

## Beispiel 5

30

### Formulierung einer dentalen Abformmassen

[0030] In einem Mischwerk werden

35

19,1% A10

19,1% Verdünner

54,5% Füllstoff (Quarzmehl)

4,0% Paraffin

3,8% Polyethylen-Faser

zu einer pastösen Masse homogenisiert (Komponente A).

40

[0031] Die Komponenten A und B werden im Gewichts-Verhältnis 8 : 1 für 30 s intensiv vermischt.

[0032] Die physikalische Charakterisierung der Abformmasse nach ISO 4823 liefert folgende Ergebnisse:

Viskosität	153,6	45
Verarbeitungszeit [min]	1,8	
Aushärtezeit [min]	2,4	
Aushärtezeit/Verarbeitungszeit	1,3	
Rückstellung nach Verformung [%]	97,7	
Dimensionsänderung [%]	0,45	
Shore A-Härte (1 Stunde)	52,0	50

## Vergleichsbeispiel

[0033] In einem Mischwerk werden

55

19,1% V 1

19,1% Verdünner

54,5% Füllstoff (Quarzmehl)

4,0% Paraffin

3,8% Polyethylen-Faser

zu einer pastösen Masse homogenisiert (Komponente A).

60

[0034] Die Komponenten A und B werden im Gewichts-Verhältnis 5 : 1 für 30 Sekunden intensiv vermischt. Die Untersuchungen zur Abbindekinetik und die physikalische Charakterisierung der Abformmasse nach ISO 4823 liefern folgende Ergebnisse:

65

Viskosität (23°C, 3 s 1) [Pas]	275,0
Verarbeitungszeit [min]	2,2

Aushärtezeit [min]	3,8
Aushärtezeit/Verarbeitungszeit	1,7
Rückstellung nach Verformung [%]	98
Dimensionsänderung [%]	0,36
5 Shore A-Härte (1 h)	51

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabelle 1

Produkt	Polyether	Silan	Dilisocyanat	Monolisocyanat	Urethangehalt [%]	Harnstoffgehalt [%]	Alkoxysilangehalt alt [%]	Viskosität [Pas] (23°C, 3s <sup>-1</sup> )
A1	Poly(propylen oxid)-triol, Mn = 6000	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 37,12g	-	2,6	0	7,3	2,8	
A2	Poly(ethylenoxid-co-propylenoxid)-tetrool, Mn = 15000	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 20,77g	-	1,5	0	4,3	25	
A3	Poly(ethylenoxid-co-propylenoxid)-triool, Mn = 6200	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 37,22g	-	2,5	0	7,3	2,5	
A4	Poly(ethylenoxid-co-propylenoxid)-triool, Mn = 3000	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 77,14g	-	4,7	0	13,5	1,2	
A5	Poly(tetrahydrofuran)-diol, Mn = 2900	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 52,14g	-	3,5	0	9,8	7,5	
A6	Kaneka S303H			0	0	unbekannt	12	
A7	Poly(propylenoxid)-triamin, Mn = 5000	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 40,10g	-	0	3,1	7,8	5,1	
A8	Poly(propylenoxid)-diamin, Mn = 2000	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 77,44g	-	0	4,6	13,5	4,0	

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55  
60  
65

A9	Poly(propylenoxid)-triamin, Mn = 5000	3-Isocyanato-propyltrimethoxysilan: 37,20g	-	-	0	3,1	6,5	16
A10	Poly(propylenoxid)-triamin, Mn = 5000	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 30,50g	Ispophorondiisoc	-	0	3,1	6,0	25
A11	Poly(propylenoxid)-triamin, Mn = 5000	3-Isocyanato-propyltriethoxy silan: 20,97g	Ispophorondiisoc	Cyclohexylisoc	0	3,2	4,2	29
V1	Poly(ethylenoxid)-co-propylenoxid-co-diol, Mn = 3000	3-Aminopropyltriethoxysilanol: 22,22g	Ispophorondiisoc	-	3,3	1,6	4,6	160

## Patentansprüche

1. Verwendung von Mischungen, enthaltend  
A) alkoxyfunktionelle Polyether mit linearer oder verzweigter Hauptkette mit einem mittleren Molekulargewicht ( $M_n$ ) von 800–20000, mit 5  
einem Gehalt an Polyethergruppen von 20–95%,  
einem Gehalt an Alkoxyfunktionelle Polyethergruppen -SiR<sup>1</sup>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup> von 0,2–25%,  
wobei R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> unabhängig voneinander H, alkyl oder alkoxy bedeuten,  
einem Gehalt an Urethangruppen von 0–10% oder einem Gehalt an Harnstoffgruppen von 0–10%, und  
B) eine Mischung, enthaltend Wasser und organische und/oder anorganische Säuren in Gewichtsverhältnissen 10  
von 1 : 0,01 bis 1 : 40, als Abform- oder Dubliermassen im Dentalbereich.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**